

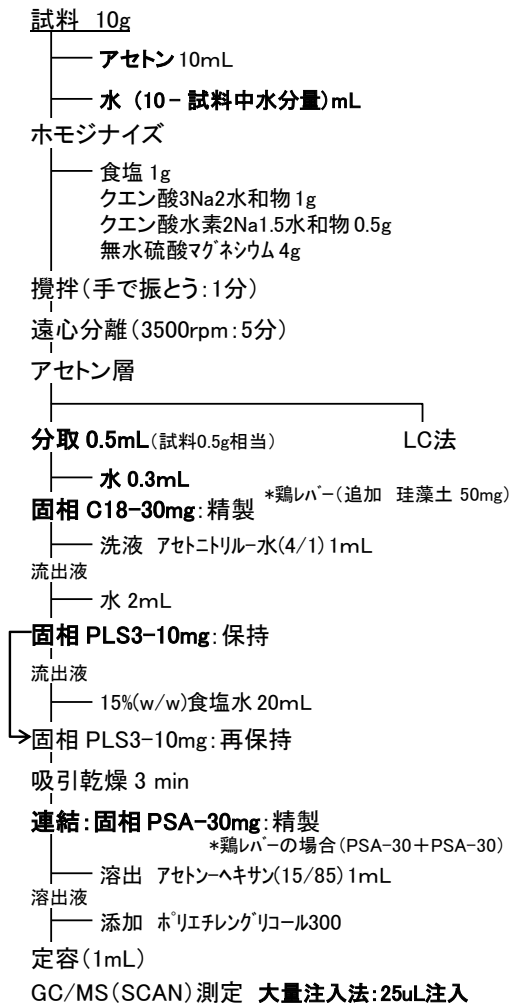
畜水産物中の残留農薬の迅速一斉分析法の検討 — GC/MS 編 —

○佐々野僚一¹、栢木春奈¹、小西賢治¹、石井里枝²

¹株式会社アイスティサイエンス、²埼玉県衛生研究所

【目的】本研究では畜水産物中の残留農薬の迅速一斉分析を目的として、アセトン溶媒による抽出を行い、遠心分離と固相カートリッジにより精製している。本法を用いて各畜水産物について検討および評価を行った。

【方法】試料：豚肉、鶏レバー、ブリ、うなぎ蒲焼(外付)、鶏卵。添加濃度：0.01ppm。固相カートリッジ：Smart-SPE（AISTI製）。GC大量注入口装置：LVI-S200（AISTI製）。GC/MS：Q1000GC（JEOL製）。



Scheme 1. 前処理方法

【結果と考察】脂肪を多く含む試料は遠心分離によりアセトン層の下に脂肪層が分離され、この工程で大部分の脂肪を取り除くことができた。次に各試料のSCAN測定によるトータルイオンクロマトグラム（図1）を示す。

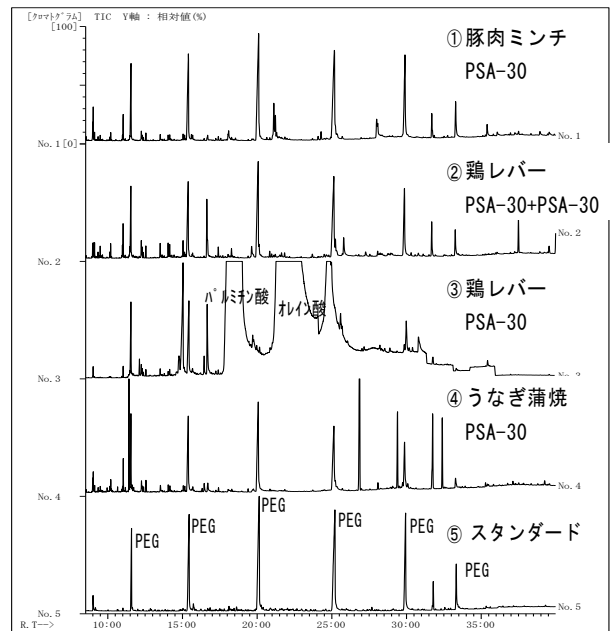


図1. SCANクロマトグラム比較

鶏レバーでは固相カートリッジPSA-30mgでパルミチン酸およびオレイン酸等の脂肪酸の負荷オーバーが確認された(③)が、固相カートリッジを2個（PSA-30+PSA-30）使用することで脂肪酸を除去することができた(②)。他の試料は固相カートリッジPSA-30mgで十分に脂肪酸を除去できた。また、鶏レバーにおいては固相カートリッジのフリット上における目詰まりが確認されたが、珪藻土を加えることで目詰まりを防ぐことができた。添加回収試験の結果：各試料とも一部の農薬を除いて良好な回収率を得ることができた。



畜水産物中の残留農薬の迅速一斉分析法の検討 — GC/MS編 —

○ 佐々野僚一¹、栢木春奈¹、小西賢治¹、石井里枝²

¹株式会社アイスティサイエンス、²埼玉県衛生研究所

目的

■畜水産物中の残留農薬の迅速一斉分析法

- ① アセトン溶媒による抽出
- ② GC大量注入法を用いた試料量の少量化による前処理の迅速化
- ③ 液液分配&遠心分離による脂肪の除去効果
- ④ 固相ミニカラムと溶出溶媒による脂肪の除去効果
- ⑤ 添加回収試験による評価

畜水産物中には脂肪が大量(約3~40%)に含まれており、この脂肪を取り除くことが最大の課題。

食品成分について

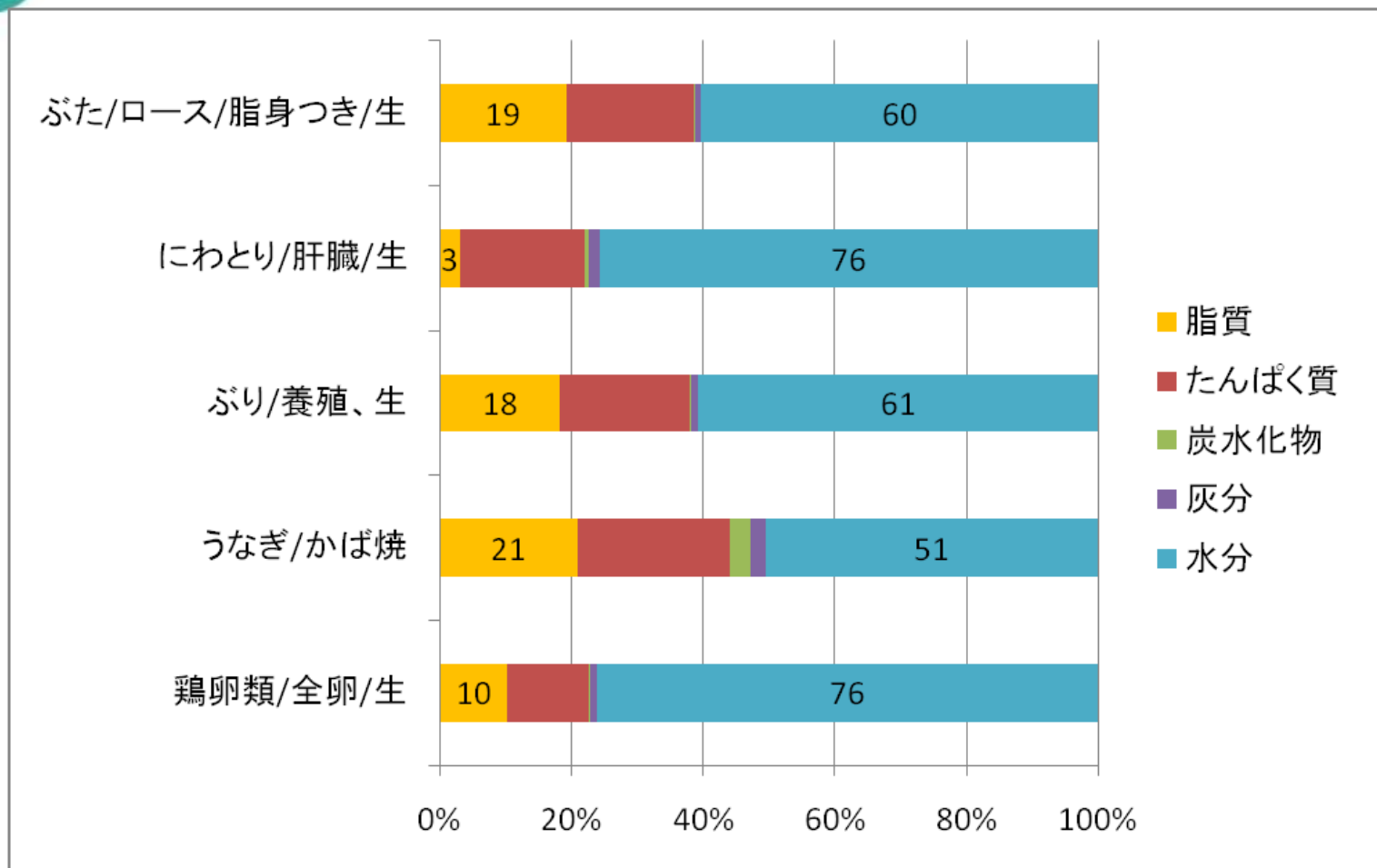


図1. 食品成分比表

参考文献：文部科学省 食品成分データベース
<http://fooddb.jp/index.html>

対象農薬

ポジティブリスト制 GC/MS対象農薬

製品名		農薬数	濃度
農薬混合標準液	22	50種	10ppm
農薬混合標準液	31	85種	10ppm
農薬混合標準液	34	46種	10ppm
農薬混合標準液	48	61種	10ppm
農薬混合標準液	51	26種	10ppm
合計		268種	

***いずれも関東化学社製**



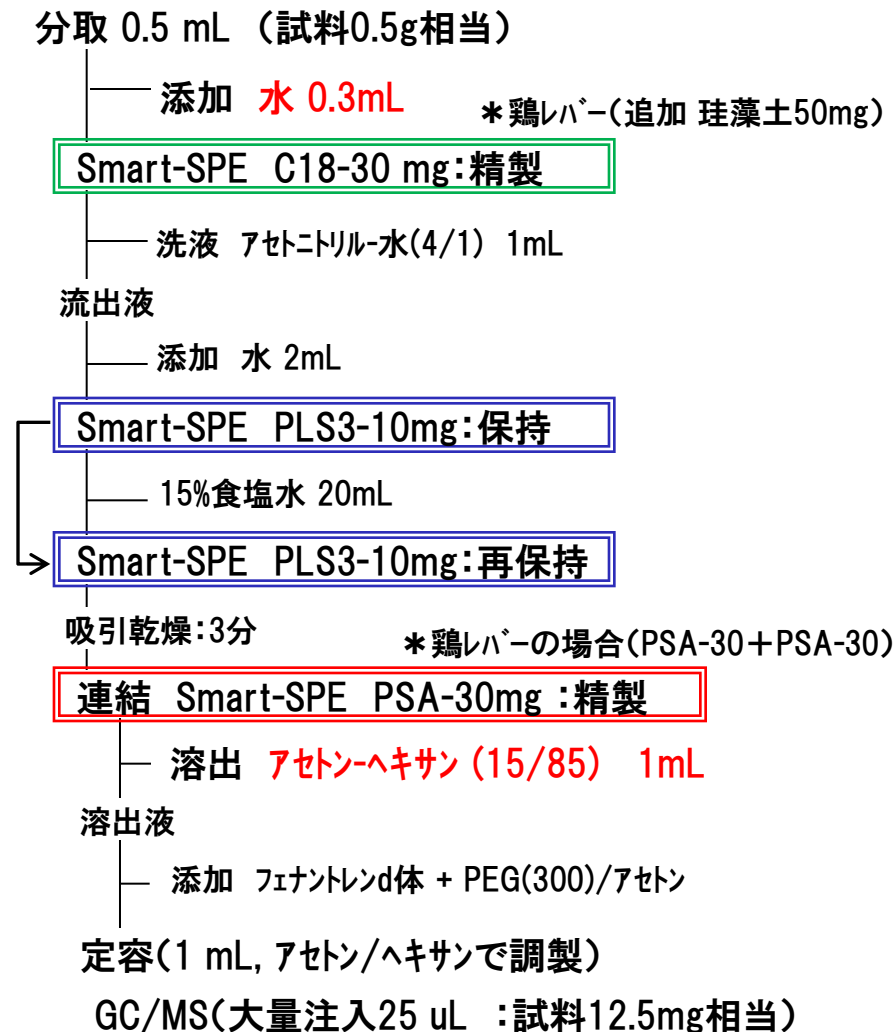
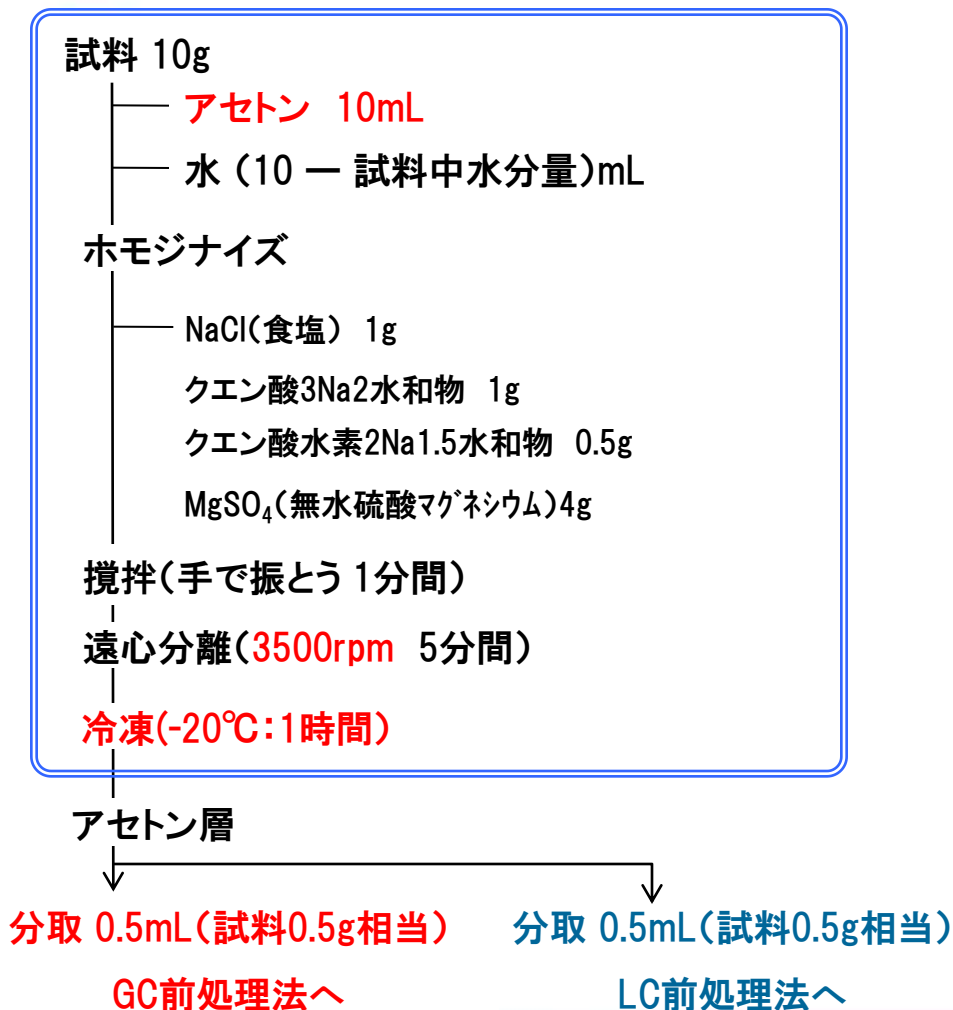
GC/MS測定条件

GC/MS

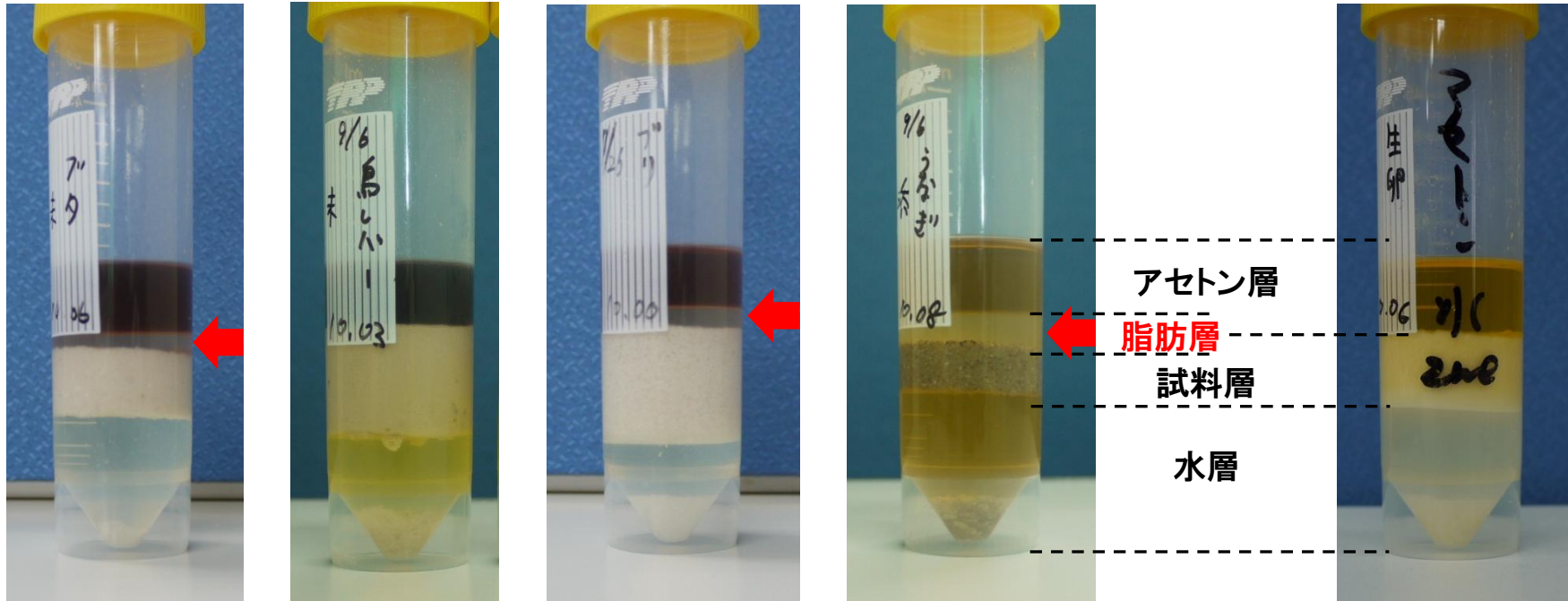
PTV Injector	LVI-S200 (AiSTI Science) ; Spiral Insert
Injector Temp.	70°C(0.3min)-120°C/min-240°C-50°C/min-290°C (38min)
Solvent Purge Time	0.27 min
Auto Samplor	CombiPAL; 25 µL Syringe (AMR)
Injection Volume	25 µL
GC	Agilent 6890N
Pre-Column	0.25mm i.d. × 0.5m
Main-Column	BPX5, 0.25mm i.d. × 30m, df; 0.25mm (SGE)
Post-Column	0.25mm i.d. × 0.5m
Column Oven Temp.	60°C (4min) -20°C/min-160°C-5°C/min-220°C-3°C/min-235°C-7°C/min-310°C (8.3min)
MS	JMS-Q1000GC (JEOL)
MS Method	SCAN; 70 - 450 m/z
Inter Face Temp.	290°C

前処理フロー

◎前処理フロー



遠心分離による精製効果



①豚肉

②鶏レバー

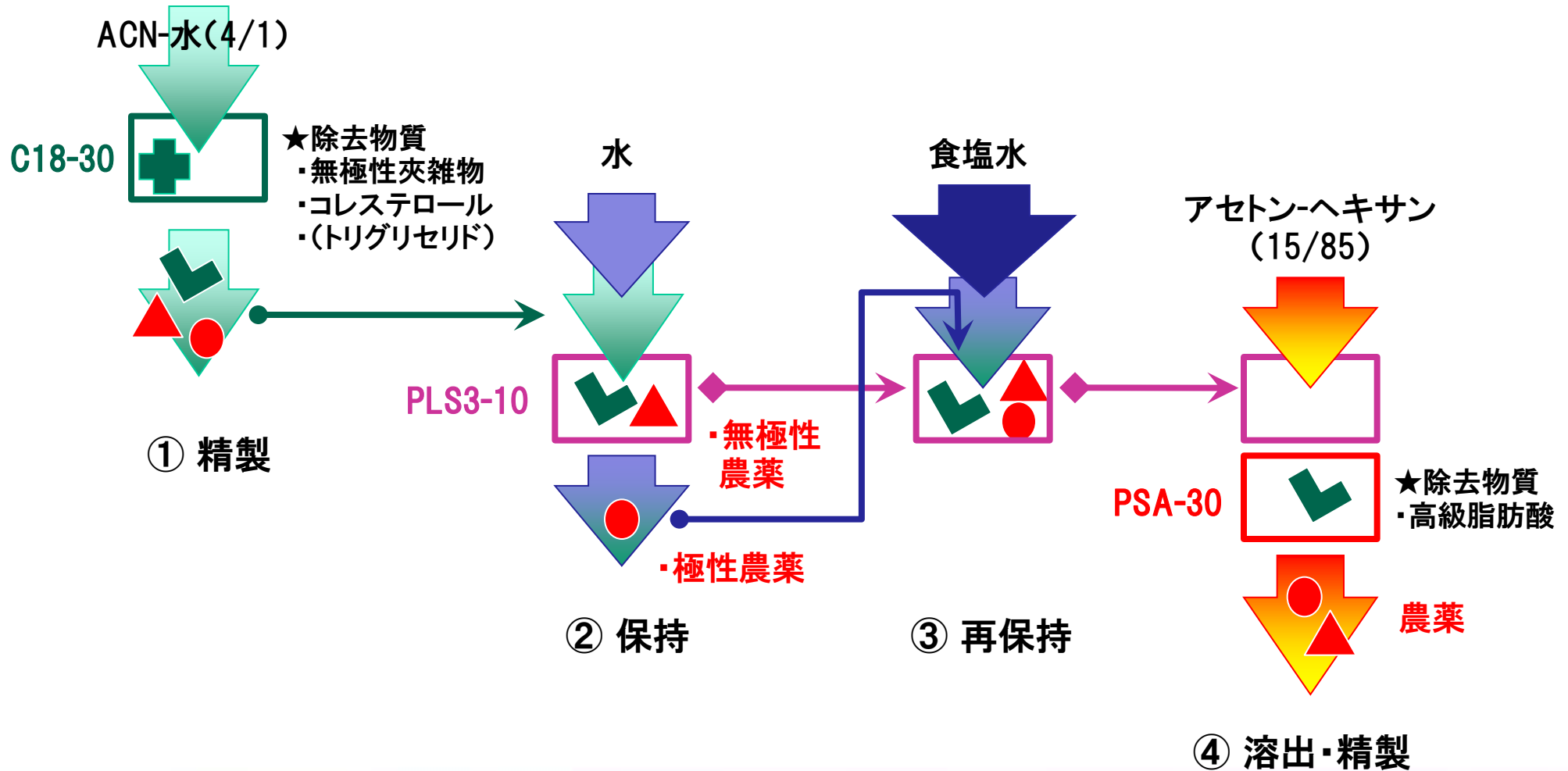
③ブリ

④うなぎ蒲焼

⑤鶏卵

- 脂肪が多い試料については、遠心分離によりアセトン層の下に**脂肪層**が分離され、この工程で大部分の脂肪を取り除くことができた。

固相抽出による精製方法



固相抽出による精製効果

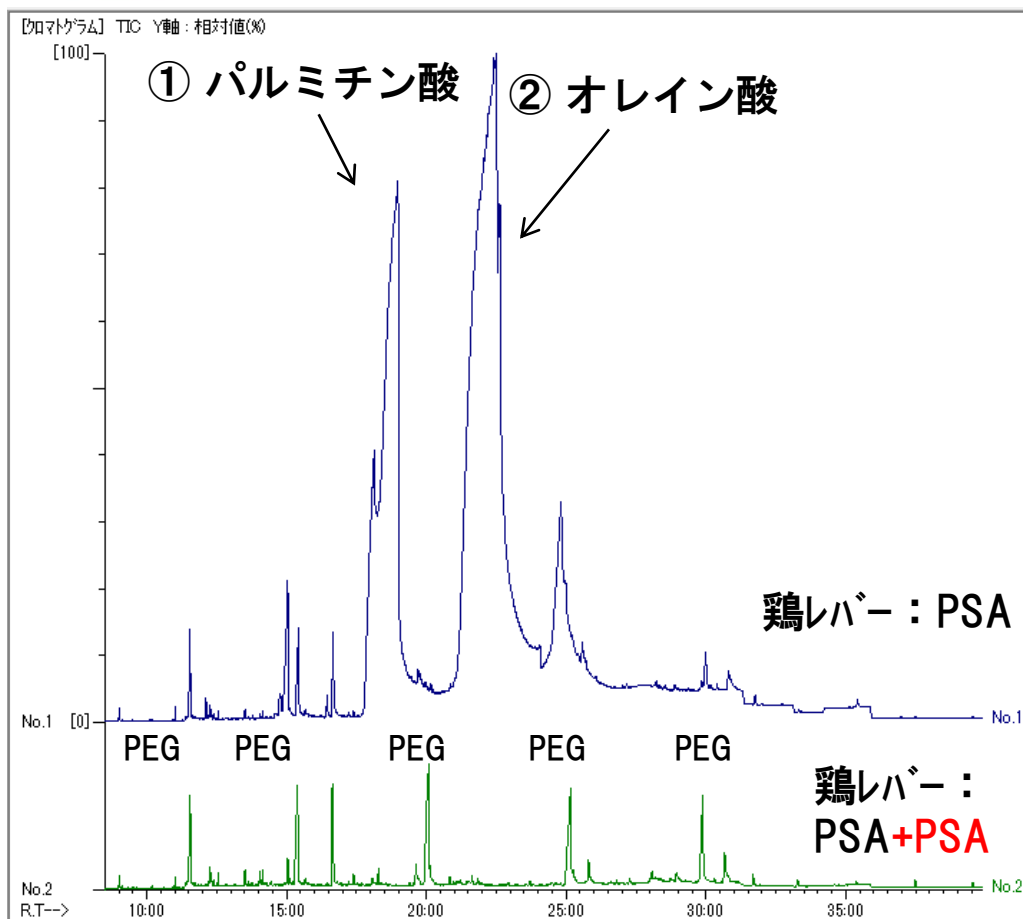
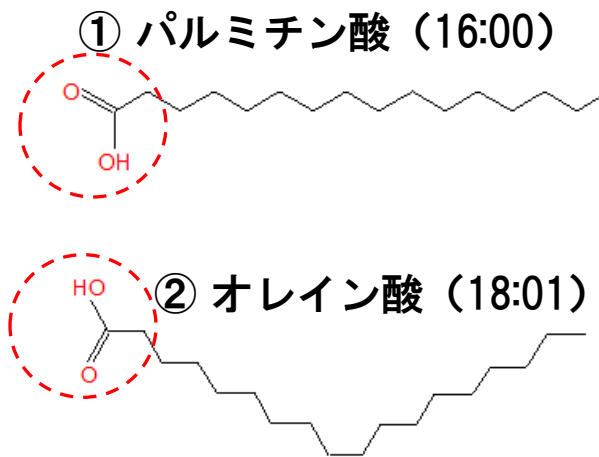


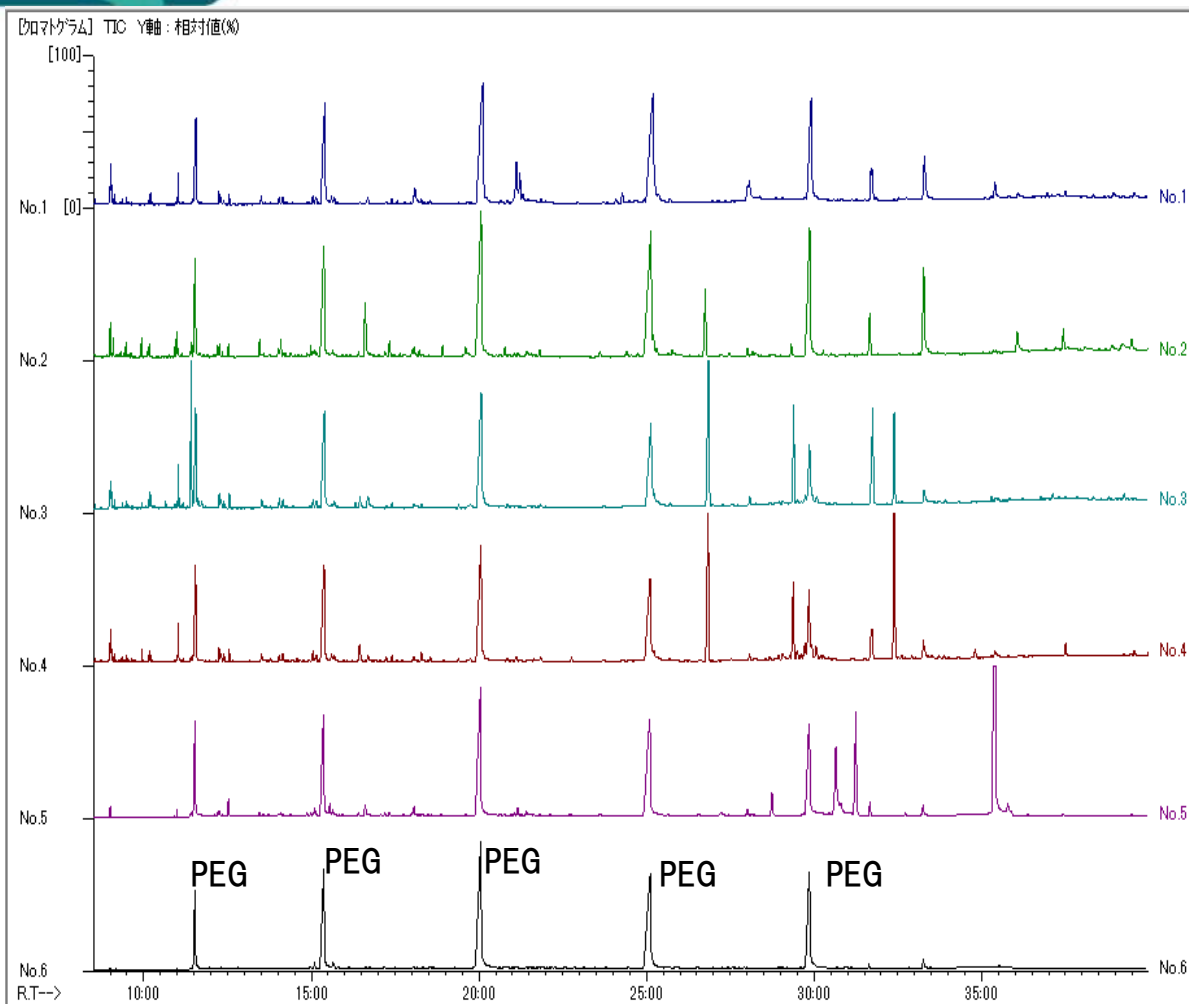
図2. SCANT-ータルイオンクロマトグラム比較(PSA精製効果)



PSA $-\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2^+$
 N-プロピルエチレンジアミン
 一次相互作用：極性・陰イオン交換

- 鶏レバーでは固相カートリッジPSA-30mgで脂肪酸の負荷オーバーが確認されたため、固相カートリッジ**PSA-30mgを2個**使用することで脂肪酸を除去することができた。

SCANクロマトグラム (精製の評価)



① 豚ミンチ

② 鶏レバー

③ ブリ

④ うなぎ蒲焼

⑤ 鶏卵

スタンダード

➤ 解析に影響を与えそうな大きな
夾雑物は見当たらなかった。

図3. 本法によるSCANトータルイオンクロマトグラム

添加回収試験結果①

試料中添加濃度:0.01ppm (豚ミンチ:n = 5) 絶対検量線(PEG共注入標準溶液) 単位:%

No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご	No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご
		REC	RSD	REC	REC	REC	REC			REC	RSD	REC	REC	REC	REC
1	1-Naphthylacetamide	26.8	14.3	-	-	-	-	26	BHC-gamma	93.4	2.5	81.8	87.6	82.2	90.3
2	3-Hydroxycarbofuran	95.5	2.0	86.2	80.9	66.7	93.2	27	Bifenox	99.1	1.9	96.7	135.2	105.9	100.9
3	4,4'-Dichlorobenzophe	90.3	2.8	70.5	77.4	71.4	84.8	28	Bifenthrin	82.7	2.8	66.8	81.7	64.6	52.7
4	Acephate	-	-	-	-	-	-	29	Bitertanol-1	90.1	3.3	59.5	93.3	86.0	94.5
5	Acetamipride	-	-	-	-	-	-	30	Bitertanol-2	88.0	1.8	38.5	92.7	84.8	83.5
6	Acetochlor	102.5	2.8	93.9	98.5	75.0	97.5	31	Bromacil	74.4	5.2	5.7	47.0	43.5	45.1
7	Acrinathrin	105.3	4.2	74.4	99.2	83.5	71.0	32	Bromobutide	105.0	1.9	93.5	96.4	101.0	100.7
8	Alachlor	98.6	2.2	88.8	94.4	87.7	95.4	33	Bromofos methyl	91.7	3.0	74.1	87.1	78.0	83.1
9	Allethrin-1,2	-	-	-	-	-	-	34	Bromophos-ethyl	87.3	4.3	65.1	76.8	63.7	71.8
10	Allethrin-3,4	98.5	3.1	80.6	87.8	79.6	91.2	35	Bromopropylate	96.8	2.2	89.5	99.5	85.6	89.7
11	Ametryn	98.9	2.1	82.9	91.0	87.9	95.5	36	Bupimate	108.2	1.3	86.9	96.0	99.6	108.7
12	Anilofos	99.1	1.3	85.8	119.1	96.4	101.6	37	Buprofezin	93.3	2.8	86.0	101.5	76.4	87.4
13	Aramite-3	100.1	0.4	90.6	95.0	91.9	90.7	38	Butachlor	92.7	2.5	77.3	83.1	77.6	83.6
14	Aramite-4	96.2	4.2	93.0	93.9	104.3	99.2	39	Butamifos	100.9	2.0	93.5	97.4	103.2	104.7
15	Atrazine	99.8	2.5	80.5	89.9	80.3	91.8	40	Butylate	84.1	5.7	73.4	83.3	68.9	81.7
16	Azaconazole	98.2	2.7	77.2	88.7	93.6	90.0	41	Cadusafos	93.4	4.1	84.8	90.5	98.7	93.6
17	Azinphos-Methyl	98.4	2.9	86.8	136.3	100.9	116.3	42	Cafenstrole	129.8	4.1	84.8	108.9	125.3	125.2
18	Benalaxyl	101.3	2.9	90.0	97.7	84.3	89.7	43	Captafol	89.2	6.1	-	-	-	-
19	Bendiocarb	106.8	2.7	67.3	90.5	95.5	91.0	44	Captan	-	-	-	-	-	-
20	Benfluranlin	89.9	3.9	73.9	96.5	88.2	78.6	45	Carbaril	120.1	8.0	68.6	122.3	138.6	111.8
21	Benfuresate	105.9	2.8	95.5	97.1	104.8	103.3	46	Carbofuran	102.5	1.5	61.9	80.3	82.7	82.9
22	Benoxacor	101.7	1.2	86.2	101.0	102.1	99.1	47	Carboxin	63.9	4.3	54.7	49.2	73.0	46.4
23	BHC-alpha	93.2	3.6	70.6	72.4	71.3	82.5	48	Carfentrazone ethyl	104.6	2.2	85.6	105.8	103.8	101.9
24	BHC-beta	93.4	2.5	73.5	83.5	72.5	82.1	49	Chlorbenside	78.6	4.5	65.4	72.1	61.2	72.7
25	BHC-delta	104.3	2.6	76.2	101.2	82.1	97.1	50	Chlorbufam	78.2	2.3	121.1	136.5	143.1	145.6

添加回収試験結果②

試料中添加濃度:0.01ppm (豚ミンチ:n = 5) 絶対検量線(PEG共注入標準溶液) 単位:%

No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご	No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご
		REC	RSD							REC	REC				
51	Chlorethoxyphos	87.0	5.0	75.1	91.5	77.1	80.5	76	Cypermethrin-3	102.2	4.8	66.3	107.1	81.3	70.2
52	Chlorfenapyr	96.5	1.2	80.2	87.0	88.9	87.5	77	Cypermethrin-4	108.4	0.9	79.4	101.3	89.8	74.0
53	Chlorfenson	103.1	2.2	115.8	96.7	129.2	92.5	78	Cyproconazole-1	98.8	2.0	84.0	93.6	100.9	98.0
54	Chlorfenvinphos-1	108.0	4.7	75.7	80.9	99.5	109.5	79	Cyproconazole-2	100.7	3.5	74.9	80.7	100.1	94.2
55	Chlorfenvinphos-2	103.6	1.4	89.7	95.3	98.1	95.4	80	DEF(tribufos)	89.9	2.9	75.6	86.3	75.0	73.4
56	Chlorobenzilate	101.1	1.8	87.8	92.1	94.3	95.2	81	Deltamethrin	66.0	72.1	66.6	70.5	66.3	74.6
57	Chloroneb	89.2	1.7	76.5	78.9	70.2	77.9	82	Demeton-S-methyl	40.4	4.1	35.9	30.8	48.1	22.3
58	Chlorpropham	105.3	2.6	97.2	104.2	99.4	99.5	83	Diallate-1	90.3	5.8	76.9	90.9	79.2	83.7
59	Chlorpyrifos	96.2	3.1	80.1	92.3	78.9	82.9	84	Diallate-2	92.8	3.9	84.7	94.7	81.7	89.2
60	Chlorpyrifos-methyl	97.0	3.0	80.2	90.3	86.7	91.2	85	Diazinone	95.0	3.1	82.9	93.5	91.9	92.3
61	Chlorthal-dimethyl	98.7	2.1	79.2	88.4	82.7	93.4	86	Dichlofenthion	96.3	4.2	82.6	93.6	81.6	87.2
62	Chlozolinate	111.1	1.8	84.2	92.1	110.6	98.4	87	Dichlofluanid	-	-	-	-	-	-
63	Cinidon-ethyl	95.5	2.2	74.6	90.8	82.9	89.4	88	Dichlorvos	57.6	1.5	12.1	24.2	44.5	50.1
64	Clomazone	99.2	2.3	88.8	95.1	86.8	90.5	89	Diclocymet-1	108.7	1.3	86.6	93.2	115.7	102.4
65	Cyanazine	99.0	2.6	71.7	82.2	83.3	86.1	90	Diclocymet-2	115.1	2.0	85.6	92.1	99.3	102.1
66	Cyanophos	106.7	2.1	85.5	93.5	94.6	99.5	91	Diclofop-methyl	96.6	1.4	79.3	91.4	83.2	85.4
67	Cyfluthrin-1	129.1	6.6	138.4	135.1	141.6	127.2	92	Dicloran	90.3	2.8	70.3	81.0	82.8	80.9
68	Cyfluthrin-2	100.7	1.8	75.3	106.5	103.5	87.9	93	Dicrotofos	-	-	-	-	-	-
69	Cyfluthrin-3	107.6	4.3	76.9	108.8	89.4	83.7	94	Diethofencarb	111.9	2.7	97.8	103.1	113.1	114.6
70	Cyfluthrin-4	105.7	3.0	72.5	107.6	78.3	70.3	95	Difenoconazole-1	94.0	2.9	75.3	94.3	95.7	88.4
71	Cyhalofop-butyl	99.2	1.9	92.3	110.8	107.6	96.9	96	Difenoconazole-2	94.2	2.2	75.0	94.1	96.3	91.5
72	Cyhalothrin-1	105.0	2.1	85.5	119.7	107.1	73.0	97	Diiflufenican	100.2	1.9	90.6	95.7	93.1	94.6
73	Cyhalothrin-2	102.8	1.7	87.6	113.5	101.6	73.1	98	Dimepiperate	90.2	3.0	76.9	86.4	76.2	87.8
74	Cypermethrin-1	94.0	1.9	64.8	91.9	71.2	63.6	99	Dimethametryn	96.4	2.5	82.1	93.8	96.2	93.3
75	Cypermethrin-2	106.7	2.8	77.2	130.3	69.7	83.1	100	Dimethenamid	102.0	1.5	90.8	98.0	89.9	99.4

添加回収試験結果③

試料中添加濃度:0.01ppm (豚ミンチ:n = 5) 絶対検量線(PEG共注入標準溶液) 単位:%

No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご	No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご
		REC	RSD	REC	REC	REC	REC			REC	RSD	REC	REC	REC	REC
101	Dimethipin	98.0	3.5	71.7	92.2	88.5	97.1	126	Fenarimol	97.8	3.1	79.7	97.6	87.5	93.0
102	Dimethoate	38.3	3.6	8.7	19.8	22.8	23.7	127	Fenbuconazole	93.7	2.9	71.4	84.9	89.7	82.4
103	Dimethylvinphos-z	112.6	1.6	92.9	98.8	105.8	104.0	128	Fenchlorphos	93.6	2.9	75.2	87.0	80.4	84.3
104	Dioxathion	90.0	3.4	77.6	96.4	114.3	103.9	129	Fenitrothion	107.5	2.8	94.8	106.6	111.8	105.7
105	Diphenamide	102.4	2.4	87.8	95.4	99.3	95.6	130	Fenobucarb	104.9	2.3	90.8	98.3	100.6	95.7
106	Disulfoton	35.6	5.8	52.5	38.5	51.4	12.5	131	Fenothiocarb	100.4	1.2	87.9	91.5	87.0	96.3
107	Disulfoton sulfone	118.2	3.1	88.9	89.8	100.7	108.8	132	Fenoxanil	110.7	4.0	90.4	93.2	98.5	96.3
108	Edifenphos	113.1	1.4	89.6	108.4	104.3	98.2	133	Fenpropathrin	99.4	2.4	93.8	105.8	89.1	85.3
109	Endosulfan	88.6	4.3	61.0	75.6	62.5	67.9	134	Fenpropemorph	102.0	3.1	92.3	100.1	108.4	91.4
110	Endosulfan II	97.1	3.6	71.9	77.2	70.8	85.0	135	Fensulfothion	100.1	2.4	79.7	91.8	105.0	100.3
111	Endosulfan sulfate	100.5	4.4	68.8	85.9	81.5	79.1	136	Fenthion	86.0	2.0	80.8	82.4	90.2	81.7
112	EPN	87.9	3.7	82.8	103.9	89.6	83.4	137	Fenvalerate-1	111.0	2.2	81.0	96.7	82.6	73.8
113	Epoxiconazole	97.5	2.5	87.0	92.3	95.2	93.6	138	Fenvalerate-2	106.3	1.9	73.7	102.5	84.0	66.6
114	EPTC	85.9	6.0	75.4	82.6	72.8	76.6	139	FIPRONIL	108.4	2.3	91.7	92.6	106.3	98.9
115	Esprocarb	96.6	3.4	81.6	91.8	74.8	95.8	140	Flamprop-methyl	113.4	2.2	93.7	92.5	102.5	101.1
116	Ethalfuralin	96.7	4.4	79.1	93.8	88.0	79.3	141	Fluacrypyrim	103.6	2.7	97.7	104.4	111.9	105.5
117	Ethiofencarb	63.2	6.5	51.6	43.3	76.7	31.2	142	Flucythrinate-1	106.7	1.6	86.0	102.6	99.1	79.8
118	Ethion	94.7	2.4	89.6	97.8	99.0	91.6	143	Flucythrinate-2	104.3	1.5	87.1	115.5	99.5	85.9
119	Ethofumesate	110.4	2.8	104.1	106.8	105.0	96.5	144	Fludioxonil	86.3	2.3	4.8	51.7	58.1	42.5
120	Ethoprophos	96.3	1.8	89.4	101.5	95.8	94.4	145	Flufenpyl-ethyl	114.9	2.3	80.1	95.6	111.2	104.5
121	Etofenprox	82.1	3.1	62.6	83.4	64.3	65.2	146	Flumiclorac-pentyl	103.2	2.0	63.9	105.0	100.9	88.9
122	Etoxazole	92.3	3.3	79.9	87.8	79.2	71.6	147	Flumioxazin	90.0	4.4	76.1	101.3	100.7	89.3
123	Etrimfos	96.9	2.9	84.4	94.2	89.1	95.0	148	Fluquinacozazole	105.1	2.4	82.3	103.5	99.9	103.4
124	Fenamidone	97.5	3.3	86.9	106.1	104.2	107.8	149	Fluridone	74.4	4.2	20.9	59.6	58.2	50.7
125	Fenamiphos	95.6	4.0	87.5	83.5	106.2	91.3	150	Flusilazole	104.0	2.3	85.8	92.9	104.4	99.5

添加回収試験結果④

試料中添加濃度:0.01ppm (豚ミンチ:n = 5) 絶対検量線(PEG共注入標準溶液) 単位:%

No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご	No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご
		REC	RSD	REC	REC	REC	REC			REC	RSD	REC	REC	REC	REC
151	Fluthiacet-methyl	110.4	4.6	15.9	84.2	83.4	93.9	176	Malathion	108.8	1.7	78.7	101.9	103.9	103.7
152	Flutolanil	106.6	3.3	93.3	102.8	106.6	103.8	177	Mecarbam	109.3	2.8	99.6	97.2	103.6	95.2
153	Flutriafol	93.2	3.2	24.5	69.5	75.4	70.8	178	Mefenacet	96.6	2.1	88.8	99.9	97.0	95.9
154	Fluvalinate-1	105.8	4.0	55.9	108.5	93.9	67.6	179	Mefenpyr-diethyl	102.0	2.2	84.4	100.4	93.1	96.9
155	Fluvalinate-2	102.9	5.8	55.8	114.7	100.3	68.4	180	Mepronil	107.0	1.7	100.5	146.2	129.1	123.8
156	Formothion	103.8	6.8	44.9	66.5	47.5	68.2	181	Metalaxyl	97.7	2.5	77.4	86.1	74.6	80.3
157	Fosthiazate-1	106.0	4.7	76.9	94.2	97.3	92.8	182	Methamidophos	-	-	-	-	-	-
158	Fosthiazate-2	105.2	2.5	82.3	98.7	92.9	101.3	183	Methidathion	99.7	1.1	88.7	94.4	97.8	99.3
159	Halfenprox	79.4	2.5	60.5	82.8	66.4	50.7	184	Methiocarb	118.0	5.2	75.7	102.9	102.9	98.5
160	Hexaconazole	99.6	2.5	77.7	85.5	96.7	95.2	185	Methoprene-1	100.0	5.4	94.4	98.7	79.5	91.6
161	Hexazinone	56.5	2.5	20.7	29.1	38.5	43.8	186	Methoprene-2	95.7	5.8	39.7	69.4	33.5	62.7
162	Imazamethabenz meth	90.1	2.8	42.9	64.4	67.7	68.1	187	Methoxychlor	94.8	1.9	80.8	95.0	82.4	83.9
163	Imibenconazole	95.9	5.6	66.9	85.5	83.1	66.9	188	Metolachlor	105.2	1.6	94.6	100.5	95.1	102.0
164	Imibenconazole-des-b	64.3	11.9	23.1	33.8	48.7	33.9	189	Metominostrobin-e	104.1	3.0	91.7	95.9	97.4	100.2
165	Iprobenfos	99.1	1.9	92.1	94.3	97.5	94.7	190	Metominostrobin-z	101.7	3.3	79.8	90.6	95.1	95.3
166	Iprodione	118.3	6.8	72.1	110.8	107.8	98.5	191	Mevinphos	28.9	4.7	7.9	13.1	15.0	23.7
167	Isazophos	102.4	2.6	91.7	95.0	96.7	101.7	192	Monocrotophos	-	-	-	-	-	-
168	Isofenphos	100.4	3.0	105.4	103.1	128.8	99.2	193	Myclobutanil	101.5	3.1	85.3	88.3	95.7	95.6
169	Isofenphos P=O	111.3	2.2	97.7	103.3	109.3	107.6	194	Napropamide	104.5	1.4	92.5	100.2	97.5	111.9
170	Isoprocarbe	99.2	2.7	78.0	88.6	87.1	87.2	195	Nitrothal-isopropyl	94.8	2.5	79.0	96.9	93.8	99.5
171	Isoprothiolane	105.2	2.8	91.3	100.4	97.5	101.0	196	Norflurazon	99.8	2.3	53.6	81.0	82.6	72.1
172	Isoxathion	96.4	1.6	87.7	99.2	106.4	96.9	197	Oryzalin	-	-	-	-	-	-
173	Isoxathion-ox	113.5	3.2	37.5	70.8	109.6	97.2	198	Oxadiazone	101.3	2.4	82.2	90.8	87.4	89.8
174	Kresoxim-methyl	104.7	1.4	90.9	95.2	94.1	99.6	199	Oxadixyl	67.7	3.6	28.2	47.5	49.0	55.0
175	Lenacil	87.5	2.8	40.3	74.5	70.3	67.9	200	Oxyfluorfone	96.0	1.8	84.4	94.6	97.1	92.3

添加回収試験結果⑤

試料中添加濃度:0.01ppm (豚ミンチ:n = 5) 絶対検量線(PEG共注入標準溶液) 単位:%

No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご	No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご
		REC	RSD							REC	REC				
201	p,p'-DDD	93.9	2.0	72.9	100.5	90.0	76.4	226	Profenofos	104.8	1.4	84.0	90.4	92.7	95.5
202	p,p'-DDE	75.7	3.2	51.1	87.2	62.4	55.1	227	Prohydrojasmon-1	95.0	3.5	87.2	92.7	77.9	92.8
203	Paclobutrazol	103.6	3.8	74.1	96.6	82.0	92.0	228	Prohydrojasmon-2	-	-	-	-	-	-
204	Parathion	102.7	2.4	93.1	105.9	107.9	99.2	229	Prometryn	100.2	2.1	80.3	91.6	90.5	93.9
205	Parathion-methyl	98.2	2.0	85.3	95.1	107.4	102.8	230	Propachlor	86.3	2.1	46.3	67.1	85.2	70.2
206	Penconazole	101.9	2.2	85.2	91.4	95.6	97.6	231	Propanil	101.5	3.4	96.0	99.7	114.1	101.1
207	Pendimethalin	90.0	3.2	75.7	93.4	82.8	86.3	232	Propaphos	84.7	3.4	84.7	74.1	94.8	78.4
208	Permethrin-cis	80.5	2.7	60.1	115.3	60.8	131.5	233	Propargite(BPPS)	101.2	2.9	85.3	91.4	79.9	80.0
209	Permethrin-trans	84.8	2.7	70.6	90.3	67.9	69.1	234	Propazine	105.1	2.2	79.5	91.1	85.2	95.3
210	Perthane	88.8	2.9	68.2	82.8	71.5	67.2	235	Propiconazole-1	101.7	2.9	92.4	101.1	103.7	101.7
211	Phenothrin-1	80.0	7.0	47.9	-	52.6	57.1	236	Propiconazole-2	103.1	3.5	77.4	85.6	86.6	90.7
212	Phenothrin-2	87.8	3.3	73.5	87.9	70.1	67.8	237	Propoxur	94.1	1.7	57.7	78.3	77.1	77.9
213	Phenthoate	105.0	3.7	83.4	90.1	91.5	93.3	238	Propyzamide	98.3	2.5	82.6	87.2	87.0	95.0
214	Phorate	76.2	3.4	72.1	76.0	80.5	64.4	239	Prothiophos	88.6	2.9	65.8	80.9	71.3	73.0
215	Phosalone	107.1	1.8	93.3	118.7	102.8	95.3	240	Pyraclofos	108.9	1.4	86.8	99.5	99.1	96.8
216	Phosmet	109.5	3.6	74.8	117.9	121.0	112.7	241	Pyraflufen-ethyl	104.0	2.0	72.4	90.7	99.4	95.9
217	Phosphamidon	82.6	3.0	44.5	63.1	65.0	75.6	242	Pyrazophos	99.0	3.6	96.7	118.5	106.0	105.6
218	Phthalide	93.6	1.3	71.4	85.9	83.7	90.7	243	Pyributicarb	87.9	2.7	84.2	98.1	87.7	85.1
219	Picolinafen	99.5	2.9	92.1	102.4	96.6	91.6	244	Pyridaben	84.0	2.6	67.6	75.7	76.2	70.7
220	Piperonyl butoxide	92.3	2.9	82.5	90.4	78.3	87.4	245	Pyridafenthion	99.5	2.3	97.5	108.4	104.9	105.4
221	Piperophos	96.2	0.9	98.2	105.8	92.8	108.0	246	Pyrifenoxy-1	97.1	1.2	79.7	87.9	83.9	93.6
222	Pirimicarb	51.3	2.6	32.1	39.6	36.2	77.3	247	Pyrifenoxy-2	98.5	0.9	85.4	83.8	92.9	91.5
223	Pirimiphos methyl	99.2	2.9	90.2	96.9	98.0	95.9	248	Pyrimethanil	91.9	2.8	73.8	81.7	73.1	84.3
224	Pretilachlor	96.1	2.4	81.1	91.2	84.8	85.4	249	Pyrimidifen	88.3	2.5	72.6	84.1	71.1	77.4
225	Procymidone	100.3	1.8	86.0	88.4	85.6	92.6	250	Pyriminobac-methyl-1	103.8	1.8	97.5	102.4	101.3	102.5

添加回収試験結果⑥

試料中添加濃度:0.01ppm (豚ミンチ:n = 5) 絶対検量線(PEG共注入標準溶液) 単位:%

No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご	No.	化合物名	豚ミンチ		鶏レバー	ブリ	うなぎ蒲焼	たまご
		REC	RSD	REC	REC	REC	REC			REC	RSD	REC	REC	REC	REC
251	Pyriminobac-methyl-2	101.2	1.7	92.9	95.5	99.5	101.5	276	Tetraconazole	104.0	2.6	91.2	94.7	105.6	105.0
252	Pyriproxyfen	92.2	2.4	84.3	99.8	87.5	86.0	277	Tetradifon	86.8	2.5	77.1	92.5	69.9	80.8
253	Pyroquilon	54.1	3.1	29.3	39.8	38.3	34.7	278	Thenylchlor	101.9	1.9	89.4	95.4	94.0	94.6
254	Quinoclamine	88.7	3.3	37.8	68.5	88.4	64.2	279	Thifluzamide	82.1	7.0	4.1	55.9	66.2	47.9
255	Quinolphos	104.4	4.9	86.4	91.2	80.4	94.6	280	Thiobencarb	99.1	2.3	87.6	94.3	92.5	99.8
256	Quinomethionate	81.9	5.1	12.8	46.1	37.9	49.2	281	Thiometon	44.9	5.8	54.8	39.5	59.5	30.8
257	Quinoxyfen	85.3	2.0	61.2	72.3	59.2	70.8	282	Tolclofos-methyl	99.0	2.4	84.3	93.0	90.5	96.6
258	Quintozen	86.3	4.1	52.7	71.0	50.7	66.3	283	Tolfenpyrad	90.3	2.6	81.5	90.4	76.8	86.7
259	Resmethrin-1	83.6	8.5	-	146.1	83.1	65.3	284	Toriadimefon	102.6	2.6	86.4	99.3	96.6	90.9
260	Resmethrin-2	91.4	2.8	74.2	87.9	70.5	70.1	285	Triadimenol-1	101.7	4.4	68.1	88.5	84.8	86.8
261	Silafluofen	68.8	3.7	52.1	64.0	45.7	38.4	286	Triadimenol-2	92.1	1.7	50.9	73.4	81.2	84.8
262	Simazin	83.9	4.1	63.9	67.0	68.1	70.9	287	Triallate	87.4	5.6	64.2	81.6	67.0	78.3
263	Simetryn	89.4	4.2	75.2	80.6	85.2	90.7	288	Triazophos	101.8	3.2	96.5	111.9	116.2	101.8
264	Spirodiclofen	94.8	2.4	71.1	92.0	75.1	62.2	289	Tricyclazole	30.7	10.9	-	-	-	-
265	Spiroxamine-1	100.7	2.1	86.9	93.7	110.6	93.1	290	Trifloxystrobin	102.5	4.2	101.3	126.7	102.4	103.1
266	Spiroxamine-2	99.2	1.9	82.7	88.5	93.0	88.0	291	Trifluralin	90.5	3.8	74.7	92.1	85.4	78.5
267	TCMTB	11.9	30.5	2.1	2.5	46.3	1.9	292	Uniconazole	99.0	3.0	76.4	92.7	89.1	96.1
268	Tebuconazole	101.6	2.8	86.9	94.8	94.3	94.8	293	Vinclozoline	102.1	2.8	90.5	94.7	87.3	97.3
269	Tebufenpyrad	90.5	2.5	81.1	98.2	80.6	81.2	294	XMC	103.6	2.0	78.4	91.1	92.8	88.9
270	Tecnazene	81.1	4.4	62.5	76.2	60.0	71.3	295	Zoxamide	103.0	8.4	56.2	131.4	113.4	105.0
271	Tefluthrine	92.3	3.7	70.4	85.7	78.5	70.2								
272	Terbacil	77.7	2.7	36.6	62.6	55.7	64.6								
273	Terbufos	74.5	5.7	69.5	77.9	75.8	64.7								
274	Terbutryn	101.0	1.7	82.4	94.3	94.9	95.3								
275	Tetrachlorvinphos	111.3	2.0	84.2	91.9	95.7	95.9								

添加回収試験による回収率分布

試料中添加濃度:0.01ppm
絶対検量線(PEG共注入標準溶液)

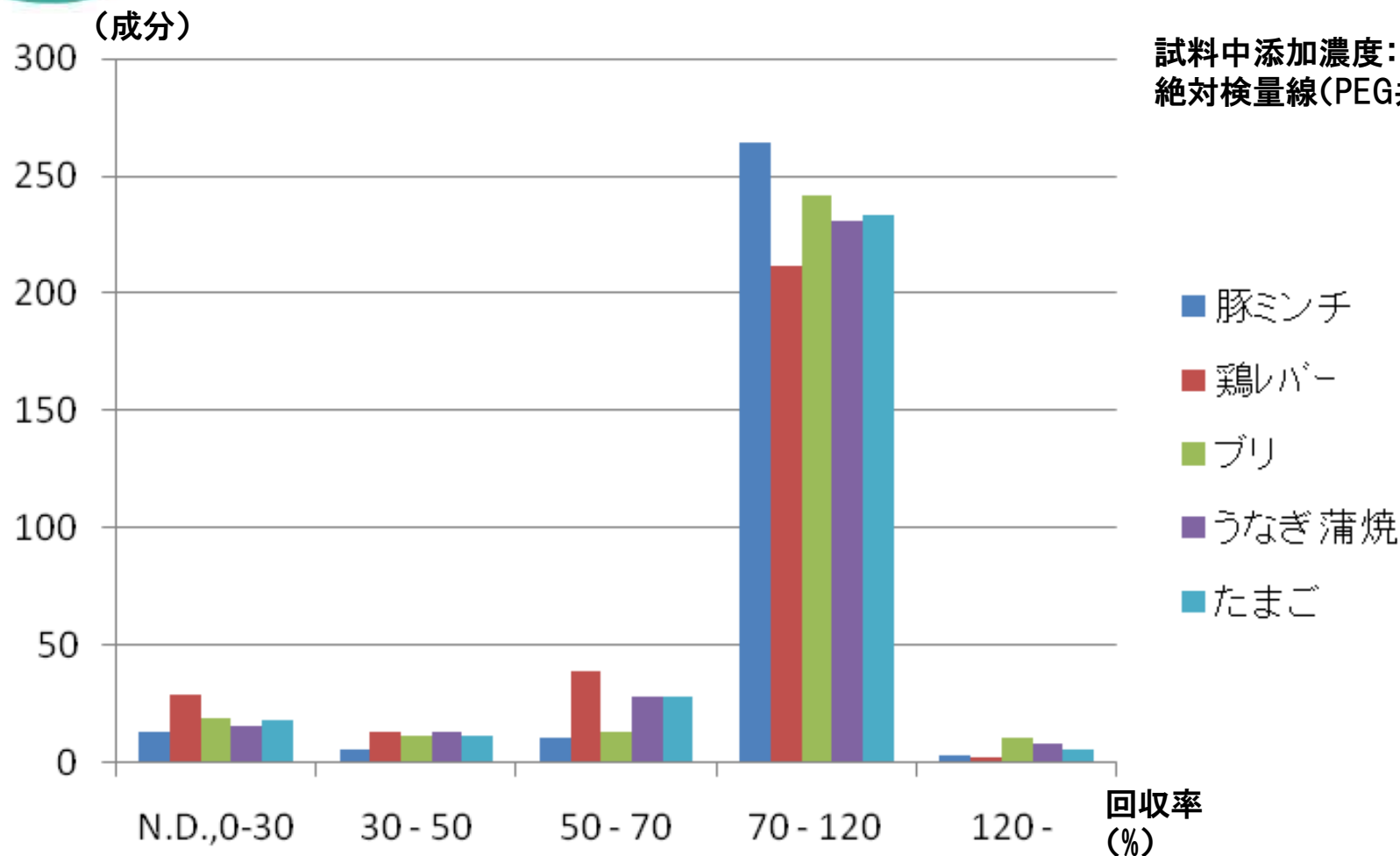


図4. 本法による添加回収試験の回収率分布

まとめ

GC/MSを用いた畜水産物中の残留農薬分析の迅速一斉分析を目的とし、アセトン溶媒による抽出を行い、GC大量注入を用いることで試料量の少量化による前処理の迅速化を図った。

- 遠心分離によりアセトン層の下に脂肪層が分離され、この工程で大部分の脂肪を取り除くことができた。
- アセトン層に溶け込んでいる脂肪酸は固相カートリッジPSAと溶出液アセトン-ヘキサン（15/85）の組み合わせによりそれらの脂肪酸を除去できた。
- 鶏レバーにおいては、固相カートリッジのフリット上に目詰まり防止として珪藻土を加え、また、PSA-30mg固相カートリッジを2個使用することで脂肪酸を除去できた。
- 全ての試料において一部の農薬を除いて良好な回収率と再現性を得ることができた。
- 遠心分離後の精製操作は、試料量が少量であり、エバポレーターなどの濃縮工程が無いため、迅速な前処理を達成できた。